

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any  
day ges caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

## [Claim(s)]

[Claim 1] The pearly luster pigment 1-300 micrometers and whose aspect ratio a base material contains a silica (SiO<sub>2</sub>) 45 to 75% of the weight, and 0.1-2.5 micrometers and mean particle diameter are 10-500 for average thickness.

[Claim 2] The pearly luster pigment according to claim 1 with which noble metals and a titania adhered to the front face of the above-mentioned base material.

[Claim 3] Cosmetics which blended the pearly luster pigment according to claim 1 or 2.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any  
 damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

 DETAILED DESCRIPTION
 

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the cosmetics which blended the pigment which has the pearly luster which has a presentation, the thickness, the particle size, and the aspect ratio of a base material in the fixed range, and its pigment. Furthermore, said pearly luster pigment is related with what is the glass flake equipped with the coat of a metallic oxide.

[0002]

[Description of the Prior Art] As photoluminescent thin film integrated circuit fine particles which show pearly luster, the mica (mica) of nature or composition is used as a base material, and the so-called pearl mica which coated the front face with titanium oxide, ferrous oxide, etc. is known from the former. However, since a mica has cleavability, a level difference tends to be made by it on the front face, and its surface smooth nature is not enough for it in many cases. Therefore, it is hard to say that the pearly luster pigment which used the mica as the base material discovers good brightness. Moreover, since many impurities are contained in a natural mica, the pearly luster pigment which makes this a base material causes dullness, when blended with cosmetics.

[0003] As a pearly luster pigment, the average configuration ratio (average thickness / average grain size) 1 / 1, and metallic-oxide coating flake-like fine particles with a grain size of 25-500 micrometers are indicated by JP,9-176515,A. [ 9-1 ] Since that thickness is set to 2.78 micrometers or more on count, these flake-like fine particles give admiration coarsely on the skin, and the mileage or a feeling of a fit on the skin is bad because of a configuration with it, and when used for a cosmetics ingredient, since number of sheets decreases compared with a flake with this still thinner weight, they have problems, like there is little brightness by reflection. [ near / an average configuration ratio is large and / a cube ]

[0004] Moreover, the flake-like silica glass manufactured from the metal alkoxide is used as a base material, and the pearly luster pigment which coated the titania or the zirconia is indicated by JP,6-116507,A. Since the metal alkoxide is very expensive, this flake-like silica glass has a problem on cost. Moreover, since [ that silica content is high ] the degree of hardness is high as compared with usual glass, when it is used for a cosmetics ingredient, a possibility of silica glass that it may be crushed in case it scours with an ingredient compounding operation, and it may become impossible to maintain the grain size is high. Although there is an advantage as for which homogeneity becomes is easy to be distributed in cosmetics so that grain size becomes small, there are problems -- it is hard coming to be discovered of the brightness as a pearly luster pigment by one side.

[0005] Furthermore, the ultraviolet-rays masking pigment which comes to coat a glass flake particle titanium oxide is indicated by JP,62-187770,A. However, this ultraviolet-rays masking pigment coats the titanium oxide of the amount which a feeling of pearly luster does not discover as a matter of fact.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] Although blending a pearly luster pigment with cosmetics as mentioned above is performed widely and it is required from the former, the pearly luster pigment which uses the mica of nature or composition as a base material has the field which is hard to be referred to as discovering brightness good for the inadequate surface smooth nature. Moreover, in the case where a natural mica is used as a base material, since the impurity is contained, when it blends with cosmetics, it becomes the cause of dullness. Furthermore, in the case where flake-like silica glass is used as a base material, there is a problem which a cost side and grain size cannot maintain.

[0007] This invention is made paying attention to the problem which exists in such a conventional technique. When it blends with cosmetics, there is no dullness, and the place made into the purpose discovers photoluminescent [ very good ], does not have the feeling of a rough deposit on the skin, and is to offer the cheap pearly luster pigment which is excellent in mileage and a feeling of a fit. Furthermore,

mileage is to offer the cosmetics which were good, were excellent in a feeling of a fit, and were excellent in the brightness which does not produce a feeling of a rough deposit.

[0008]

[Means for Solving the Problem] In order to attain the above-mentioned purpose, a base material contains silica ( $\text{SiO}_2$ ) 45 to 75% of the weight, and the pearly luster pigments of invention according to claim 1 are the average thickness of 0.1-2.5 micrometers, the mean particle diameter of 1-300 micrometers, and aspect ratios 10-500. In addition, said aspect ratio means the value (mean particle diameter / average thickness) which <sup>(ed)</sup> mean particle diameter by average thickness.

[0009] In invention according to claim 1, as for the pearly luster pigment of invention according to claim 2, noble metals and a titania adhere on the surface of a base material.

[0010] The cosmetics of invention according to claim 3 blend a pearly luster pigment according to claim 1 or 2.

[0011]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, the operation gestalt of this invention is explained to a detail. As for the pearly luster pigment of this invention, a base material contains a silica ( $\text{SiO}_2$ ) 45 to 75% of the weight. As this base material, the glass flake manufactured by the melting method is mentioned. A glass flake can be manufactured by the approach of a publication to a well-known technique, for example, JP,41-17148,B, and JP,45-3541,B. That is, the fused glass is extruded from a circle type slit, and air etc. is poured into the interior of the glass, and it swells in a hollow-like cylinder, considers as a thin uniform glass film, and is manufactured by the approach of grinding it. Since this glass flake fuses and manufactures a cheap raw material, it can hold down cost low. Moreover, in order to carry out cooling solidification of the melting glass with the free surface, the front face is very smooth. Furthermore, it is amorphous, and since it does not have cleavability, a level difference does not arise on the front face. Moreover, since it has some flexibility compared with the silica glass which a silica contains 80% of the weight or more, even if blended with cosmetics, it is hard to be crushed, and the grain size at the time of combination can be maintained. Although what kind of presentation is sufficient as glass if melting shaping can be carried out, the soda lime glass currently generally used, C-glass, E glass, etc. are illustrated. These glass contains a silica in the above-mentioned range.

[0012] Moreover, the glass flake of the mean particle diameter of 1-300 micrometers and aspect ratios 10-500 is manufactured by carrying out grinding classification of the glass film with an average thickness of 0.1-2.5 micrometers. A glass flake is not made on a manufacturing technology more thinly than 0.1 micrometers, on the other hand, makes the cosmetics with which it was blended when thicker than 2.5 micrometers produce a feeling of a rough deposit, and reduces brightness. When an aspect ratio is smaller than 10, the mileage and the feeling of a fit in the skin of the blended cosmetics are worsened, on the other hand, when larger than 500, the paste to the skin of the cosmetics is worsened and admiration is strengthened too much glaringly. Brightness sufficient when the mean particle diameter is less than 1 micrometer for the blended cosmetics cannot be given, but on the other hand, when larger than 300 micrometers, in the blended cosmetics, a particle will be conspicuous too much, and a feeling of a result will be made unnatural.

[0013] When the configuration of a base material is in the above-mentioned range, the property of a glass flake changes with content of the silica of the base material. If the content of a silica becomes higher than 75 % of the weight, production by the melting method will become difficult and production by the sol gel process will become main in practice. The content of a silica is high, and although the glass manufactured with a sol gel process is called "silica glass" below, since a degree of hardness is high and weak like \*\*\*\*, the flake of the silica glass which has a configuration in the above-mentioned range will be easily crushed, if the external force more than fixed is added. For example, if a supersonic wave is irradiated at the flake of silica glass, it will be checked that the mean particle diameter becomes small. If a laser diffraction particle-size-distribution measuring device (Seishin Enterprise make Pro7000S) with ultrasonic irradiation equipment is made to output for 1 minute by 65W and a supersonic wave is specifically irradiated at the flake of silica glass, the mean particle diameter will change like following "table 1."

[0014]

Table 1]

シリカガラスのフレークに超音波を照射した場合の粒径の変化

項目	初期平均粒径( $\mu\text{m}$ )	超音波照射後( $\mu\text{m}$ )
サンプル1	6.02	5.90
サンプル2	9.36	9.20
サンプル3	15.62	15.40
サンプル4	24.49	21.78
サンプル5	25.93	23.30
サンプル6	26.69	25.13
サンプル7	28.41	23.19
サンプル8	50.19	35.58
サンプル9	55.50	38.48
サンプル10	58.93	39.04

注) サンプル1～10には、SGシリーズ(日本板硝子社製)を用いた。

[0015] Moreover, it is checked that the mean particle diameter of the flake of silica glass becomes small as the irradiation time of a supersonic wave increases. If an ultrasonic cleaner ( VS[ by the VERUVO Courier quotient firm ]-70R) is made to output by 60W and a supersonic wave is specifically irradiated at the flake of silica glass, the mean particle diameter will change like following "table 2" with time.

[0016]

[Table 2]

シリカガラスのフレークに超音波を照射した場合の粒径の経時的変化

項目\照射時間	0min	0.5min	1min	2min	5min
サンプル1( $\mu\text{m}$ )	23.19	14.70	13.63	12.35	11.25
サンプル2( $\mu\text{m}$ )	69.08	37.79	34.30	30.74	27.89
サンプル3( $\mu\text{m}$ )	183.80	85.73	67.70	60.04	56.05

注) サンプル1～3には、SGシリーズ(日本板硝子社製)を用いた

[0017] As for the flake of silica glass, "Table 1 and 2" shows that crushing by the supersonic wave tends to take place, so that particle size is large. Moreover, with time, it turns out that crushing tends to take place in early stages of ultrasonic irradiation. Thus, although the flake of silica glass will be crushed by the impact of a supersonic wave, such a phenomenon is not checked in a glass flake. This is considered to be because for a glass flake to have some flexibility as highly [ a degree of hardness ] as the flake of silica glass. Therefore, when it is blended with other ingredients as an ingredient of cosmetics and scours, rather than the flake of silica glass, the pearly luster pigment which uses a glass flake as a base material can maintain the original particle size, and, as a result, can discover brightness more effectively in cosmetics. In addition, since reinforcement required for a base material and moderate flexibility are combined, as for the content of the silica of a glass flake, it is desirable that they are 50 - 70 % of the weight and further 55 - 65 % of the weight.

[0018] This pearly luster pigment shows the gloss which resembled the exterior pearl like that name, and this is obtained by preparing the coat which becomes a glass flake from metallic oxides, such as a titania ( $\text{TiO}_2$ ), a zirconia, or an iron oxide. The shaping approach of this coat is indicated by JP,43-25644,B and JP,47-34529,A that what is necessary is just to use a well-known technique. It is the approach of making a sulfuric-acid titanyl solution or a titanium-tetrachloride solution suspending a glass flake, specifically depositing a titania by carrying out the temperature up of this solution, and preparing a coat on a glass flake. However, as long as it is not the thing to limit to this approach but a method of preparing a coat thinly on a glass flake, what kind of approach may be used.

[0019] The color tone of the arbitration by interference can be made to discover by controlling the thickness of the coat on a glass flake. The thickness of this coat has desirable 20-250nm, and since it is hard to discover brightness in less than 20nm, and many raw materials are needed on the other hand if thicker than 250nm, it is not desirable in cost.

[0020] When using a titania for this coat, a glass flake is heat-treated at 800-1,200 degrees C after coat shaping in many cases. There is three crystal system, an anatase, a blue kite mold, and a rutile mold, in a titania, and this is performed in order to transfer an anatase to a rutile mold. When preparing a titania coat by the deposit from a solution as mentioned above, an anatase deposits first. Since an anatase is an instable mold chemically compared with a rutile mold, when endurance and weatherability are required of a glass flake, it points to a rutile mold from an anatase. Furthermore, the titania coat of a rutile mold discovers higher brightness, i.e., skillful sense of color, from forming the film more precise than an anatase.

Therefore, as a coat of a glass flake, what consists of a titania of a rutile mold is desirable, and it points to

it:

[0021] When the heat-treatment temperature for the above-mentioned crystal system transition is 800 degrees C or less, the crystal system of a titania is still an anatase, but if it is made higher than 800 degrees C on the other hand, transferring to a rutile mold is known. However, when it heats at 800 degrees C or more, a glass flake may deform. In order to prevent this deformation, this invention person found out wholeheartedly the approach of transferring even heat-treatment of 800 degrees C or less to a rutile mold after research. In case it deposits a titania from the above-mentioned solution, it is the approach of making noble metals adhering to a glass flake as a minute amount catalyst. Noble metals point out gold, silver, and a platinum group (Ru, Rh, Pd, Os, Ir, Pt) here. The approach of especially the method of making noble metals adhere to a glass flake not being limited, and supplying a glass flake in the solution of chloroplatinic acid, for example, leaving it for a while is mentioned. In this approach, it checked that the crystal system transition to a rutile mold took place by heat-treatment of 600 degrees C or less.

[0022] Although the thickness of the coat which makes a certain color tone discover changes a little with refractive indexes of the coat on a glass flake, generally the thickness of a coat and the relation of coloring (reflected light) are as in the following "table 3."

[0023]

[Table 3]

発色	被膜厚さ (nm)
シルバー	40~60
黄	60~80
赤	80~100
青	100~140
緑	120~160

[0024] By blending, specific glass flake, i.e., pearly luster pigment, of a configuration equipped with the coat of the above-mentioned metallic oxide, coloring which it is clear and became clear is shown, there is no feeling of a rough deposit on the skin, and the cosmetics which are further excellent in the mileage and a feeling of a fit on the skin are obtained.

[0025] The rate of combination of the pearly luster pigment in these cosmetics has 1 - 100 desirable % of the weight. When the rate of combination is less than 1 % of the weight, the brightness of a pearly luster pigment is not fully demonstrated. On the other hand, on the skin, even if it is 100 % of the weight, since human fat etc. exists, it combines with these and may function as cosmetics.

[0026] Cosmetics of the broad range, such as FESHARU cosmetics, makeup cosmetics, and hair cosmetics, are contained in these cosmetics. Also in these, this pearly luster pigment is especially used suitably in makeup cosmetics, such as foundation, face powder, eye shadow, a brusher, makeup base, nail enamel, an eyeliner, mascara, a lip stick, and fancy powder.

[0027] According to the purpose of cosmetics, as for this pearly luster pigment, hydrophobing processing may be performed suitably. As the approach of hydrophobing processing, in the first place Methil hydrogen polysiloxane, An art with silicone compounds, such as hyperviscous silicone oil and silicone resin, The art according to surfactants, such as an anion activator and a cation activator, to the second, The third nylon, polymethylmethacrylate, polyethylene, Teflon, The art by a perfluoro radical content compound, lecithin, a collagen, metallic soap, the oleophilic wax, polyhydric-alcohol partial ester, or perfect ester and the art which compounded [ fifth ] these are mentioned the art by high molecular compounds, such as polyamino acid, and the fourth. However, if it is an approach applicable to hydrophobing processing of powder generally, it will not be limited to the above-mentioned approach.

[0028] Other ingredients usually used for cosmetics can be suitably blended with these cosmetics if needed. For example, talc, a kaolin, a sericite, a muscovite, phlogopite, lepidolite, A biotite, a lithia mica, a vermiculite, a magnesium carbonate, a calcium carbonate, \*\* SOU soil, a magnesium silicate, a calcium silicate, an aluminum silicate, Silicic-acid barium, a barium sulfate, silicic-acid strontium, a tungstic-acid metal salt, Inorganic powder, such as a silica, hydroxyapatite, a zeolite, boron nitride, and ceramic powder, Nylon powder, polyethylene powder, polystyrene powder, Benzoguanamine powder, polytetrafluoroethylene powder, JISUCHIREN benzene polymer powder, Organic powder, such as epoxy

powder, acrylic powder, and microcrystalline cellulose, Inorganic red system pigments, such as inorganic white pigments, such as titanium oxide and a zinc oxide, ferrous oxide (red ocher), and titanite-acid iron, Inorganic yellow system pigments, such as inorganic brown system pigments, such as gamma ferric oxide, yellow oxide of iron, and ocher, Inorganic black system pigments, such as black oxide of iron and carbon black, mango violet, Inorganic purple system pigments, such as cobalt violet, chrome oxide, chromium hydroxide, Inorganic blue system pigments, such as inorganic green system pigments, such as titanite-acid cobalt, ultramarine blue, and Berlin blue, A titanium oxide coat mica, titanium oxide coat bismuth oxychloride, bismuth oxychloride, Pearl pigments, such as titanium oxide coat talc, a scales foil, and a coloring titanium oxide coat mica, Metal powder pigments, such as aluminum powder and kappa powder, red No. 201, Red No. 202, red No. 204, red No. 205, red No. 220, red No. 226, Red No. 228, red No. 405, orange No. 203, orange No. 204, yellow No. 205, Organic pigments, such as yellow No. 401 and blue No. 404, red No. 3, red No. 104, Red No. 106, red No. 227, red No. 230, red No. 401, red No. 505, Orange No. 205, yellow No. 4, yellow No. 5, yellow No. 202, yellow No. 203, Organic pigments, such as a zirconium of green No. 3 and blue No. 1, barium, or an aluminium lake, Natural coloring matter, such as chlorophyll and beta carotene, squalane, a liquid paraffin, Vaseline, a micro crystalline wax, an OKEZO light, a ceresin, A myristic acid, a palmitic acid, stearin acid, oleic acid, isostearic acid, Cetyl alcohol, hexadecyl alcohol, oleyl alcohol, 2-ethylhexanoic acid cetyl, palmitic-acid 2-ethylhexyl, myristic-acid 2-octyldodecyl, G 2-ethylhexanoic acid neopentyl glycol, tri 2-ethylhexanoic acid glycerol, Oleic acid-2-octyldodecyl, myristic-acid isopropyl, Tri isostearic acid glycerol, Tri palm-oil-fatty-acid glycerol, olive oil, an avocado oil, yellow bees wax, Various hydrocarbons, such as myristic-acid Millis Chill, a mink oil, and lanolin, Silicon oil, a higher fatty acid, the ester of fats and oils, higher alcohol, Organic solvents, such as oily components, such as a low, an acetone, toluene, butyl acetate, and acetic ester, Plasticizers, such as resin, such as alkyd resin and a urea-resin, camphor, and acetyl tributyl citrate, an ultraviolet ray absorbent, an antioxidant, antiseptics, a surfactant, a moisturizer, perfume, water, alcohol, a thickener, etc. are mentioned.

[0029] Especially the gestalt of these cosmetics is not limited and has the shape of the shape of the shape of the shape of the shape of powder and a cake, and a pencil, and a stick, and ointment, a liquid, a milk liquid, and a cream etc.

[0030] In addition, this invention is the approach of manufacturing the glass flake equipped with the coat which consists of a rutile mold titania, by making noble metals, such as platinum, adhere to - glass flake which can also be embodied as following operation gestalten, making the titania of an anatase adhere there, and heating at 600 degrees C or less.

[0031]

[Example] Although an example and the example of a comparison are given to below and this invention is explained more to a detail, unless the summary of this invention is exceeded, it is not limited to the following examples. First, the pearly luster pigment which carried out the coat of the metallic oxide to the glass flake is explained.

[0032] (Example 1) - (example 4)

C glass (2.65 % of the weight of SiO<sub>2</sub>(s), 20.3:4 % of the weight of aluminum, CaO:14 % of the weight, MgO:3 % of the weight, B-2O<sub>3</sub>:5 % of the weight, Na<sub>2</sub>O:8 % of the weight, K<sub>2</sub>O:1 % of the weight) was fused at 1,200 degrees C, it was made predetermined thickness by blowing to a cylindrical shape, extension-thin-film-izing, and carrying out cooling solidification, grinding classification of it was carried out, and the glass flake which has thickness, a predetermined grain size, and a predetermined aspect ratio was manufactured. By making this glass flake suspend in a sulfuric-acid titanyl solution, heating this suspension, and making it boil for 1 hour, made the glass flake front face carry out the coat of the titania of various thickness, and it was made to dry after filtration rinsing, it heat-treated for 30 minutes at 600 degrees C after that, and the glass flake equipped with the titania coat was obtained. All were anatases when the crystal system of a titania coat was investigated by the X diffraction.

[0033] Here, since coloring of a glass flake changes with thickness of a titania coat and specific surface area changes with the thickness and grain size of a glass flake, the conditions for obtaining the titania coat made into the purpose in each example cannot be determined uniquely. Therefore, the glass flake was suitably sampled out of suspension in the formation phase of a titania coat, the addition of sulfuric-acid titanyl was adjusted, checking the amorous glance, and the glass flake of the color tone of arbitration was manufactured.

[0034] The glass flake which has the thickness, the grain size, and the aspect ratio of these versatility was packed into the cel with a diameter [ of 60mm ] x height of 10mm of a silica, and lightness (L value) was measured for it with the color color difference meter (CR300 by Minolta Co., Ltd.). Moreover, the diffuse reflection factor of 45 degrees / 0 degree was measured, and the glossmeter ( VGS[ by Nippon Denshoku

Industries Co., Ltd. J-1001DP) estimated brightness. The result of the property of these glass flakes and brightness evaluation is shown in following "table 4."

[0035] (Example 1 of a comparison) - (example 3 of a comparison) -- about the mica equipped with the titania coat of a commercial anatase, and the thing which fabricated the titania coat of an anatase by the approach of the above-mentioned example to the glass flake (RCF-140 Nippon Sheet Glass Co., Ltd. make), lightness (L value) and the diffuse reflection factor of 45 degrees / 0 degree were measured, and the brightness was evaluated by the same approach as the above. The result is combined with following "table 4", and is shown. In addition, noble metals have not adhered to the glass flake of the example 3 of a comparison.

[0036] The glass flake of examples 1-4 has all high brightness (L value and diffuse reflection factor) compared with the mica of the examples 1 and 2 of a comparison, and it turns out that the bright high brightness which became clear very much is shown.

[0037]

[Table 4]

Brightness and glossiness of the glass flake equipped with the titania coat of an anatase, and a mica -----  
 ----- A example 1 2 3 4 Example 1 of a comparison 2 3 ----- base material Glass Glass Glass Glass Mica Mica Glass Average thickness (micrometer) 2.3 2.3 2.3 1.3 0.4 0.6 5.0 Mean particle diameter (micrometer) 450 80 40 25 40 80 140 Aspect ratio 196 35 17 19 100 113 28 Reflected color Silver Silver Silver Red Silver silver Silver Lightness (L value) 93 92 91 91 88 89 90 Diffuse reflection factor 66 62 61 63 52 54 60 ----- [0038] (Example 5) - (example 8)

The glass flake of a predetermined configuration was manufactured like the above-mentioned examples 1-4. This glass flake was made to suspend in the titanium-tetrachloride solution which added chloroplatinic acid, and this suspension was heated, it boiled for 1 hour, and the titania coat of various thickness was prepared in the glass flake front face. This glass flake was dried after filtration rinsing, and it heat-treated for 30 minutes at 600 degrees C after that. All were rutile molds when the crystal system of a titania coat was investigated by the X diffraction. Since the platinum adhering to a glass flake acted as a catalyst which promotes the transition to a rutile mold, this is considered. Brightness was evaluated like the above-mentioned examples 1-4 about the glass flake which has the thickness, the grain size, and the aspect ratio of these versatility. The result is shown in following "table 5."

[0039] (Example 4 of a comparison) - (example 7 of a comparison)

About the mica equipped with the titania coat of a commercial rutile mold, brightness was evaluated like the above. The result is shown in following "table 6."

[0040]

[Table 5]

Brightness and glossiness of a glass flake equipped with the titania coat of a rutile mold -----  
 - A example 5 6 7 8 ----- base material Glass Glass Glass Glass Average thickness (micrometer) 2.3 1.3 1.3 0.7 Mean particle diameter (micrometer) 300 80 80 25 Aspect ratio 130 62 62 36 Reflected color Silver Gold Red Blue Lightness 95 (L value) 94 93 92 Diffuse reflection factor 70 62 74 74 ----- [0041]

[Table 6]

Brightness and glossiness of a mica equipped with the titania coat of a rutile mold ----- The example of a comparison 4 5 6 7 ----- base material Mica Mica Mica Mica Average thickness (micrometer) 0.4 0.4 0.4 0.6 Mean particle diameter (micrometer) 40 40 40 80 Aspect ratio 100 100 100 133 Reflected color Silver Gold Red Blue Lightness 91 (L value) 90 90 89 Diffuse reflection factor 50 60 65 63 ----- [0042] The glass flake of examples 5-8 has brightness (L value and diffuse reflection factor) all higher than "Table 5 and 6" compared with the mica of the examples 4-7 of a comparison, and it turns out that the bright high brightness which became clear very much is shown.

[0043] The cosmetics which blended next, a glass flake, i.e., a pearly luster pigment, equipped with the above-mentioned titania coat, are explained. Based on following "table 7", five steps of organic-functions evaluations by ten panelists performed evaluation of cosmetics.

[0044]

[Table 7]

The organic-functions evaluation about cosmetics ----- evaluation \*\* item Mileage A feeling of adhesion Smoothness Brightness beauty of a color ----- 1 [ bad ] There is nothing. There is nothing. There is nothing. [ dirty ] 2 It is a little bad. There is nothing a little. There is nothing a little. There is nothing not much. Are a little somber. 3 Usually Usually Usually It is a little. Usually 4 a little good -- it is a little It is a little. It is. Beautiful 5 Good It is very much. It is very much. Very high [very

beautiful ----- [0045] It is the average of five-step evaluation of ten panelists, and the result of organic-functions evaluation is expressed with the following notation in order to make the evaluation intelligible.

O [ ... Less than / or more 1.5 2.5 / x / ... Less than / 1.0 or more / 1.5 [0046] ] It is O to 5.0 4.5 or more.. Less than [ or more 3.5 4.5 ] - ... Less than [ or more 2.5 3.5 ] \*\* : (Example 9) The powder foundation which consists of an ingredient shown in powder foundation following "table 8" was manufactured.

[0047]

[Table 8]

----- (1) titanium oxide 7 (2) talc 20 (3) muscovites 3 The glass flake of the (4) example 2 55 (5) nylon powder 2 (6) red iron oxide 0.5 (7) Synthetic Ochre 1 (8) black iron oxide 0.1 (9) silicone oil 1 (10) BAL MICHIN acid 2-ethylhexyl 9 (11) sorbitan sesquioleate 1 (12) antiseptics 0.3 (13) perfume 0.1 (% of the weight)

----- [0048] The above-mentioned ingredient (1) Addition mixing of what mixed - (8) with the Henschel mixer, and this mixture was made to carry out the heating dissolution of above-mentioned ingredient (9) - (13), and was mixed was carried out, and the pulverizer ground this. Furthermore, press shaping of this was carried out by discharge and the pressure of 160kg/cm<sup>2</sup> at the with a diameter of 5.3mm inside pan, and powder foundation was manufactured. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is shown in following "table 9."

[0049] : (Example 8 of a comparison) The powder foundation above-mentioned ingredient (4) glass flake was permuted by the mica of the example 1 of a comparison, and powder foundation was manufactured for except [ its ] like the example 9. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is shown in following "table 9."

[0050] : (Example 9 of a comparison) The powder foundation above-mentioned ingredient (4) glass flake was permuted by the glass flake of the example 3 of a comparison, and powder foundation was manufactured for except [ its ] like the example 9. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is combined with following "table 9", and is shown.

[0051]

[Table 9]

----- item Mileage feeling of adhesion Smoothness Brightness Beauty of a color -----  
----- example 9 O O O O O Example 8 of a comparison O O O O O Example 9 of a comparison - - \*\* O O -----

[0052] The cosmetics of an example 9 are the beauties of brightness and a color compared with the example 8 of a comparison, and "Table 9" shows excelling in mileage, a feeling of adhesion, and smoothness compared with the example 9 of a comparison.

[0053] : (Example 10) The brusher which consists of an ingredient shown in brusher following "table 10" was manufactured.

[0054]

[Table 10]

----- (1) talc 12.6 (2) sericites 8.1 (3) micas 25.4 The glass flake of the (4) example 3 45.0 (5) red No. 226 0.4 (6) squalane 3.0 (7) palmitic-acid 2-ethylhexyl 5.0 (8) antiseptics 0.3 (9) perfume 0.2 (% of the weight)

----- [0055] The above-mentioned ingredient (1) After spraying what mixed - (5) with the Henschel mixer, and this mixture was made to carry out the heating dissolution of above-mentioned ingredient (6) - (9), and was mixed and mixing, this was ground using the pulverizer. Furthermore, press shaping of this was carried out by discharge and 120kg/cm<sup>2</sup> at the inside pan of 4x6cm, and the brusher was manufactured. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is shown in following "table 11."

[0056] : (Example 10 of a comparison) The ingredient (4) glass flake of the brusher example 10 was permuted by the mica of the example 2 of a comparison, and the brusher was manufactured for except [ its ] like the example 10. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is shown in following "table 11."

[0057] : (Example 11 of a comparison) The ingredient (4) glass flake of the brusher example 10 was permuted by the glass flake of the example 3 of a comparison, and the brusher was manufactured for except [ its ] like the example 10. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is combined with following "table 11", and is shown.

[0058]

[Table 11]

----- A item Mileage feeling of adhesion Smoothness Brightness Beauty of a color -----

----- example 10 O O O O O Example 10 of a comparison O O O O O Example 11 of a comparison - - \*\* O O ----- [0059] The cosmetics of an example 10 are the beauties of brightness and a color compared with the example 10 of a comparison, and "Table 11" shows excelling in mileage, a feeling of adhesion, smoothness, and brightness compared with the example 11 of a comparison.

[0060] : (Example 11) The nail enamel which consists of an ingredient shown in nail enamel following "table 12" was manufactured.

[0061]

[Table 12]

----- (1) nitrocellulose 12 (2) conversion alkyd resin 12 (3) acetyl tributyl citrate 5 (4) n-butyl acetate 36.4 (5) ethyl acetate 6 (6) n-butyl alcohol 2 (7) toluene 21 (8) iron oxide pigments 0.5 (9) titanium dioxides 0.1 Glass flake of the (10) example 7 3 (11) micas 1 (12) organic conversion montmorillonite 1 (% of the weight)

----- [0062] The above-mentioned ingredient (1) - (7) (in part [ however, an ingredient (4) ]) was dissolved, addition mixing of what mixed the remainder of an ingredient (12) and an ingredient (4) in this solution, and was made into gel was carried out, and addition mixing of ingredient (8) - (11) was carried out further. The predetermined container was filled up with this mixture and nail enamel was manufactured. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is shown in following "table 13."

[0063] : (Example 12 of a comparison) The ingredient (10) glass flake of the nail enamel example 11 was permuted by the mica of the example 6 of a comparison, and nail enamel was manufactured like the example 11 except it. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is shown in following "table 13."

[0064] : (Example 13 of a comparison) The ingredient (10) glass flake of the nail enamel example 11 was permuted by the glass flake of the example 3 of a comparison, and nail enamel was manufactured like the example 11 except it. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is shown in following "table 13."

[0065]

[Table 13]

----- A item Mileage feeling of adhesion Smoothness Brightness Beauty of a color ----- example 11 O O O O O Example 12 of a comparison O O O O O Example 13 of a comparison - - \*\* O O ----- [0066] The cosmetics of an example 11 are the beauties of smoothness, brightness, and a color compared with the example 12 of a comparison, and "Table 13" shows excelling in mileage, a feeling of adhesion, smoothness, and brightness compared with the example 13 of a comparison.

[0067] : (Example 12) The emulsification foundation which consists of an ingredient shown in emulsification foundation following "table 14" was manufactured.

[0068]

[Table 14]

----- (1) stearin acid 0.4 (2) isostearic acid 0.3 (3) 2-ethylhexanoic acid cetyl 4 (4) liquid paraffins 11 (5) polyoxyethylene (10) stearyl ether 2 (6) talc 8 (7) pigments 4 (8) cetyl alcohol 0.3 (9) antiseptics 0.07 The glass flake of the (10) example 6 10 (11) triethanolamines 0.42 (12) propylene glycol 5 (13) antiseptics 0.02 (14) ion exchange water 54.19 (15) perfume 0.3 (% of the weight)

----- [0069] The above-mentioned ingredient (1) - (9) was dissolved at 85 degrees C, it mixed, the above-mentioned ingredient (10) was added to this, and homogeneity was distributed. Moreover, it added gradually and the mixture which was made to dissolve above-mentioned ingredient (11) - (14) in this at 85 degrees C, and was mixed was made to emulsify. After holding the temperature at the time of emulsification for 10 minutes and stirring it, it cooled to 45 degrees C, stirring. The ingredient (15) was added to this, stirring cooling was continued to 35 degrees C, the container was filled up with this after that, and emulsification foundation was obtained. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is shown in following "table 15."

[0070] : (Example 14 of a comparison) The ingredient (10) glass flake of the emulsification foundation example 12 was permuted by the mica of the example 5 of a comparison, and emulsification foundation was manufactured for except [ its ] like the example 12. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is shown in following "table 15."

[0071] : (Example 15 of a comparison) The ingredient (10) glass flake of the emulsification foundation example 12 was permuted by the glass flake of the example 3 of a comparison, and emulsification

foundation was manufactured for except [ its ] like the example 12. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is combined with following "table 15", and is shown.

[0072]

[Table 15]

----- A item Mileage feeling of adhesion Smoothness Brightness Beauty of a color -----  
----- example 12 O O O O O Example 14 of a comparison O O O Example 15 of O \*\*

comparison - - \*\* O O ----- [0073] The cosmetics of an example 12 are the beauties of smoothness, brightness, and a color compared with the example 14 of a comparison, and "Table 15" shows excelling in mileage, a feeling of adhesion, smoothness, and brightness compared with the example 15 of a comparison.

[0074] : (Example 13) The lip stick which consists of an ingredient shown in lip stick following "table 16" was manufactured.

[0075]

[Table 16]

----- (1) hydrocarbon wax 20 (2) candelilla wax 3 (3) glyceryl isostearate 40 (4) liquid paraffins 26.8 (5) titanium dioxides 4 Glass flake of the (6) example 7 4 (7) organic pigments 2 (8) perfume 0.2 (% of the weight)

----- [0076] The above-mentioned ingredient (1) After having carried out the heating dissolution of - (4) at 85 degrees C, adding (5) - (7) to this and carrying out stirring mixing, mixed stirring of (8) was carried out further, the after that predetermined container was filled up, and the lip stick was obtained. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is shown in following "table 17."

[0077] : (Example 16 of a comparison) The ingredient (6) glass flake of the lip stick example 13 was permuted by the mica of the example 6 of a comparison, and the lip stick was manufactured for except [ its ] like the example 13. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is shown in following "table 17."

[0078] : (Example 17 of a comparison) The ingredient (6) glass flake of the lip stick example 13 was permuted by the glass flake of the example 3 of a comparison, and the lip stick was manufactured for except [ its ] like the example 13. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is combined with following "table 17", and is shown.

[0079]

[Table 17]

----- A item mileage Feeling of adhesion Smoothness Brightness Beauty of a color -----  
----- example 13 O O O O O Example 16 of a comparison O O O O O Example 17 of a

comparison - - \*\* O O ----- [0080] "Table 17" shows that the cosmetics of an example 13 are excellent in mileage, a feeling of adhesion, smoothness, and brightness compared with the beauty of smoothness, brightness, and a color, and the example 17 of a comparison compared with the example 16 of a comparison.

[0081] : (Example 14) The eye shadow which consists of an ingredient shown in eye-shadow following "table 18" was manufactured.

[0082]

[Table 18]

----- (1) talc 21 (2) muscovites 20 The glass flake of the (3) example 8 40 (4) pigments 12 (5) squalane 4 (6) cetyl-2-ethylhexanoate 1.9 (7) sorbitansesquiolate 0.8 (8) antiseptics 0.1 (9) perfume 0.2 (% of the weight)

----- [0083] The above-mentioned ingredient (1) It ground, after having mixed - (4) with the Henschel mixer, spraying what carried out heating mixing of (5) - (9) on this and mixing. This was breathed out to the predetermined inside pan and eye shadow was obtained. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is shown in following "table 19."

[0084] : (Example 18 of a comparison) The ingredient (3) glass flake of the eye-shadow example 14 was permuted by the mica of the example 7 of a comparison, and eye shadow was manufactured for except [ its ] like the example 14. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is shown in following "table 19."

[0085] : (Example 19 of a comparison) The ingredient (3) glass flake of the eye-shadow example 14 was permuted by the glass flake of the example 3 of a comparison, and eye shadow was manufactured for except [ its ] like the example 14. The result of organic-functions evaluation of these cosmetics is shown in following "table 19."

[0086]

## [Table 19]

----- A item mileage Feeling of adhesion Smoothness Brightness Beauty of a color -----  
 ----- example 14 O O O O O Example 18 of a comparison O O O Example 19 of O \*\*  
 cc parison - - \*\* O O ----- [0087] The cosmetics of an example 14 are the beauties c  
 mileage, a feeling of adhesion, smoothness, brightness, and a color compared with the example 18 of a  
 comparison, and "Table 19" shows excelling in mileage, a feeling of adhesion, smoothness, and brightness  
 compared with the example 19 of a comparison.

[0088]

[Effect of the Invention] Since this invention is constituted as mentioned above, it does the following  
 effectiveness so. According to the pearly luster pigment of invention according to claim 1, 0.1-2.5  
 micrometers in average thickness It is the mean particle diameter of 1-300 micrometers, and aspect ratios  
 10-500, and is a glass flake with the smooth front face where a base material contains a silica 45 to 75% o  
 the weight. Furthermore, since a base material front face is the pearly luster pigment by which the coat wa  
 carried out with metallic oxides, such as titanium oxide, it is clear as a cosmetics ingredient, very good  
 brightness is discovered, there is no feeling of a rough deposit on the skin, and the cheap pearly luster  
 pigment which is excellent in mileage and a feeling of a fit can be offered.

[0089] According to the pearly luster pigment of invention according to claim 2, since noble metals and a  
 titania adhere on the surface of a base material in addition to the effect of the invention of claim 1, it is  
 precise at heating of 600 degrees C or less, and the film of the rutile mold titania of a stabilization mold is  
 formed.

[0090] According to the cosmetics of invention according to claim 3, since this pearly luster pigment is usec  
 as a cosmetics ingredient, the mileage on the skin is well excellent in a feeling of a fit, and the beautiful  
 cosmetics of coloring which is excellent in the brightness which does not produce a feeling of a rough  
 deposit can be offered.

[Translation done.]

Requested Patent: JP2001011340A

Title: PEARLESCENT PIGMENT AND COSMETIC CONTAINING THE SAME ;

Abstracted Patent: JP2001011340 ;

Publication Date: 2001-01-16 ;

Inventor(s): YOKOI KOJI ;

Applicant(s): NIPPON SHEET GLASS CO LTD ;

Application Number: JP20000071967 20000315 ;

Priority Number(s): JP20000071967 20000315; JP19990121814 19990428 ;

IPC Classification:

C09C1/28; A61K7/00; A61K7/02; A61K7/021; A61K7/027; A61K7/031; A61K7/032;  
A61K7/043; C09C3/06 ;

Equivalents: JP3702742B2 ;

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an inexpensive pearlescent pigment which is non-dark, exhibits highly favorable brightness, does not have a rough touch to the skin, and has excellent spread and excellent fit touch, and to provide a cosmetic which contains the pearl gloss pigment and has an excellent bright appearance. SOLUTION: This pearlescent pigment comprises glass flakes which contain silica (SiO<sub>2</sub>) in an amount of 45 to 75 wt.%, have an average thickness of 0.1 to 2.5  $\mu$ m, an average particle diameter of 1 to 300  $\mu$ m and an aspect ratio of 10 to 500, and is produced by a melting method. The aspect ratio is a value (average particle diameter/average thickness) obtained by dividing the average particle diameter by the average thickness. The obtained base material flakes are preferably coated with a noble metal and titania.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-11340

(P2001-11340A)

(43) 公開日 平成13年1月16日 (2001.1.16)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード <sup>*</sup> (参考)
C 0 9 C 1/28		C 0 9 C 1/28	4 C 0 8 3
A 6 1 K 7/00		A 6 1 K 7/00	V 4 J 0 3 7
			N
	7/02	7/02	P
	7/021	7/021	

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 12 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2000-71967(P2000-71967)	(71) 出願人	000004008 日本板硝子株式会社 大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号
(22) 出願日	平成12年3月15日 (2000.3.15)	(72) 発明者	横井 浩司 大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願平11-121814	(74) 代理人	100069084 弁理士 大野 精市
(32) 優先日	平成11年4月28日 (1999.4.28)		
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 真珠光沢顔料およびそれを配合した化粧料

(57) 【要約】

【課題】 化粧料に配合した場合に、くすみがなく、非常に良好な光輝性を発現し、肌上でのざらつき感がなく、のびおよびフィット感に優れる安価な真珠光沢顔料、さらにはそれを配合する光輝感に優れた化粧料を提供する。

【解決手段】 シリカ (SiO<sub>2</sub>) を45～75重量%含有し、平均厚さ0.1～2.5 μm、平均粒径1～300 μm、アスペクト比10～500のガラスフレークを熔融法により製造する。アスペクト比とは、平均粒径を平均厚さで除した値 (平均粒径/平均厚さ) をいう。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 母材がシリカ( $\text{SiO}_2$ )を45～75重量%含有し、平均厚さが0.1～2.5 $\mu\text{m}$ 、平均粒径が1～300 $\mu\text{m}$ 、アスペクト比が10～500である真珠光沢顔料。

【請求項2】 上記母材の表面に貴金属およびチタニアが付着した請求項1に記載の真珠光沢顔料。

【請求項3】 請求項1または2に記載の真珠光沢顔料を配合した化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、母材の組成、厚さ、粒径およびアスペクト比が一定範囲にある真珠光沢を有する顔料およびその顔料を配合した化粧料に関する。さらには、前記真珠光沢顔料が金属酸化物の被膜を備えたガラスフレークであるものに関する。

【0002】

【従来の技術】真珠光沢を示す光輝性薄片状粉体として、天然や合成の雲母(マイカ)を母材とし、その表面に酸化チタンや酸化鉄などをコーティングしたいわゆるパールマイカが従来から知られている。しかし、マイカは劈開性があるため、その表面に段差ができ易く、表面平滑性が十分でない場合が多い。そのため、マイカを母材とした真珠光沢顔料は良好な光輝感を発現するとは言い難い。また、天然雲母には不純物が多く含まれることから、これを母材とする真珠光沢顔料は、化粧料に配合された場合にくすみの原因となる。

【0003】真珠光沢顔料としては、特開平9-176515号公報に、平均形状比(平均厚さ/平均粒度)1/9～1、粒度25～500 $\mu\text{m}$ の金属酸化物コーティングフレーク状粉体が記載されている。このフレーク状粉体は、化粧料材料に使用された場合、計算上その厚さが2.78 $\mu\text{m}$ 以上となることから、肌上でざらざら感を与え、また平均形状比が大きく立方体に近い形状のため、肌上でのびまたはフィット感が悪く、さらに同重量の薄いフレークに比べて枚数が少なくなるため、反射による光輝感が少ないなどの問題がある。

【0004】また、特開平6-116507号公報には、金属アルコキシドから製造したフレーク状シリカガラスを母材とし、チタニアまたはジルコニアをコーティングした真珠光沢顔料が記載されている。このフレーク状シリカガラスは、金属アルコキシドが非常に高価であることからコスト上の問題がある。また、シリカガラスは通常のガラスと比較してシリカ含有率が高く硬度が高いため、化粧料材料に用いられた場合、材料配合工程で練り込まれる際に破碎され、その粒度が保てなくなるおそれが高い。粒度が小さくなるほど化粧料中に均一に分散され易くなる利点はあるが、一方で真珠光沢顔料としての光輝感を発現し難くなるなどの問題がある。

【0005】さらに、特開昭62-187770号公報

には、ガラスフレークに微粒子酸化チタンをコーティングしてなる紫外線遮へい顔料が記載されている。しかし、この紫外線遮へい顔料は、真珠光沢感が事実上発現しない量の酸化チタンをコーティングするものである。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】上述のように真珠光沢顔料を化粧品に配合することは従来から広く行われているが、天然または合成のマイカを母材とする真珠光沢顔料は、その不十分な表面平滑性のために、良好な光輝感を発現するとは言い難い面がある。また、天然雲母を母材とする場合では、不純物が含まれているため、化粧料に配合した場合、くすみの原因となる。さらに、フレーク状シリカガラスを母材とする場合では、コスト面および粒度が維持できない問題がある。

【0007】この発明は、このような従来技術に存在する問題に着目してなされたものである。その目的とするところは、化粧料に配合した場合に、くすみがなく、非常に良好な光輝性を発現し、肌上でのざらつき感がなく、のびおよびフィット感に優れる安価な真珠光沢顔料を提供することにある。さらには、のびがよく、フィット感に優れ、ざらつき感を生じることのない、光輝感に優れた化粧料を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、請求項1に記載の発明の真珠光沢顔料は、母材がシリカ( $\text{SiO}_2$ )を45～75重量%含有し、平均厚さ0.1～2.5 $\mu\text{m}$ 、平均粒径1～300 $\mu\text{m}$ 、アスペクト比10～500であるものである。なお、前記アスペクト比とは、平均粒径を平均厚さで除した値(平均粒径/平均厚さ)をいう。

【0009】請求項2に記載の発明の真珠光沢顔料は、請求項1に記載の発明において、母材の表面に貴金属およびチタニアが付着したものである。

【0010】請求項3に記載の発明の化粧料は、請求項1または2に記載の真珠光沢顔料を配合したものである。

【0011】

【発明の実施の形態】以下、この発明の実施形態について詳細に説明する。この発明の真珠光沢顔料は、母材がシリカ( $\text{SiO}_2$ )を45～75重量%含有するものである。この母材としては、熔融法で製造されるガラスフレークが挙げられる。ガラスフレークは、公知の技術、たとえば特公昭41-17148号公報、特公昭45-3541号公報に記載の方法で製造することができる。すなわち、熔融したガラスを円型スリットから押し出し、そのガラスの内部に空気などを注入して中空状の円筒に膨らませ薄く均一なガラスフィルムとし、それを粉碎する方法で製造される。このガラスフレークは、安価な原料を熔融して製造するため、コストを低く抑えることができる。また、自由表面を持つ熔融ガラスを冷却固化するた

め、その表面は非常に平滑である。さらに、非晶質で劈開性を有しないので、その表面に段差が生じない。また、シリカが80重量%以上含有されるシリカガラスに比べ若干の柔軟性を有するため、化粧料に配合されても破碎され難く、配合時の粒度を保つことができる。ガラスとしては、熔融成形できるものならどのような組成でもよいが、一般に使われているソーダライムガラス、Cガラス、Eガラスなどが例示される。これらガラスは、シリカを上記範囲で含有するものである。

【0012】また、平均厚さ0.1~2.5 $\mu\text{m}$ のガラスフィルムを粉碎分級することにより、平均粒径1~300 $\mu\text{m}$ 、アスペクト比10~500のガラスフレークが製造される。ガラスフレークは、製造技術上0.1 $\mu\text{m}$ より薄くできず、一方2.5 $\mu\text{m}$ より厚い場合、それが配合された化粧料にざらつき感を生じさせ、かつ光輝感を低下させる。アスペクト比が10より小さい場合は、配合された化粧料の肌でのびおよびフィット感を悪化させ、一方500より大きい場合は、その化粧料の肌へののりを悪化させ、ざらざら感を強くし過ぎる。その平均粒径が1 $\mu\text{m}$ 未満の場合は、配合された化粧料に十分な光輝感を付与することができず、一方300 $\mu\text{m}$ より大きい場合は、配合された化粧料において粒子が目立ち過ぎ、仕上がり感を不自然なものにしてしまう。

【0013】母材の形状が上記範囲にある場合、その母材のシリカの含有率によって、ガラスフレークの性質が異なる。シリカの含有率が75重量%より高くなると、熔融法による生産が困難になり、ゾルゲル法による生産が実際上主となる。シリカの含有率が高く、ゾルゲル法で製造されるガラスを以下「シリカガラス」と称するが、形状が上記範囲にあるシリカガラスのフレークは、上述の如く硬度が高くかつ脆いため、一定以上の外力が

加わると容易に破碎される。たとえば、シリカガラスのフレークに超音波を照射すると、その平均粒径が小さくなることが確認される。具体的には、超音波照射装置付きレーザー回折粒度分布測定装置（セイシン企業社製Pro7000S）を65Wで1分間出力させ、シリカガラスのフレークに超音波を照射すると、その平均粒径は下記「表1」のように変化する。

【0014】

【表1】

シリカガラスのフレークに超音波を照射した場合の粒径の変化

項目	初期平均粒径( $\mu\text{m}$ )	超音波照射後( $\mu\text{m}$ )
サンプル1	8.02	5.90
サンプル2	9.36	9.20
サンプル3	15.52	15.40
サンプル4	24.49	21.79
サンプル5	25.93	23.30
サンプル6	26.59	25.13
サンプル7	28.41	23.18
サンプル8	50.19	35.58
サンプル9	55.50	38.48
サンプル10	58.93	39.04

注) サンプル1~10には、SGシリーズ(日本板硝子社製)を用いた。

【0015】また、超音波の照射時間が増加するにしたがって、シリカガラスのフレークの平均粒径は小さくなることが確認される。具体的には、超音波洗浄装置（ヴェルヴォークリア商会社製VS-70R）を60Wで出力させ、シリカガラスのフレークに超音波を照射すると、その平均粒径は経時的に下記「表2」のように変化する。

【0016】

【表2】

シリカガラスのフレークに超音波を照射した場合の粒径の経時的変化

項目\照射時間	0min	0.5min	1min	2min	5min
サンプル1( $\mu\text{m}$ )	23.19	14.70	13.63	12.35	11.25
サンプル2( $\mu\text{m}$ )	69.08	37.79	34.30	30.74	27.89
サンプル3( $\mu\text{m}$ )	183.80	85.73	67.70	60.04	58.05

注) サンプル1~3には、SGシリーズ(日本板硝子社製)を用いた

【0017】「表1」および「表2」より、シリカガラスのフレークは、粒径が大きいほど超音波による破碎が起こり易いことが判る。また、経時的には、超音波照射の初期に破碎が起こり易いことが判る。このようにシリカガラスのフレークは、超音波の衝撃によっても破碎されてしまうが、ガラスフレークではこのような現象は確認されない。これは、ガラスフレークがシリカガラスのフレークほど硬度が高くなく若干の柔軟性を有するためであると考えられる。したがって、ガラスフレークを母材とする真珠光沢顔料は、化粧料の材料として他の材料と配合され練り込まれた場合に、シリカガラスのフレークよりも当初の粒径を維持でき、その結果化粧料中でより効果的に光輝感を発現できる。なお、ガラスフレーク

のシリカの含有率は、母材に必要な強度と適度な柔軟性とを兼ね備えるために、50~70重量%、さらには55~65重量%であることが好ましい。

【0018】この真珠光沢顔料は、その名の如く外観上真珠に似た光沢を示すものであり、これはガラスフレークにチタニア( $\text{TiO}_2$ )、ジルコニアまたは酸化鉄などの金属酸化物からなる被膜を設けることにより得られる。この被膜の成形方法は、公知の技術を利用すればよく、たとえば特昭43-25644号公報、特開昭47-34529号公報に記載されている。具体的には、硫酸チタニル溶液または四塩化チタン溶液にガラスフレークを懸濁させ、かかる溶液を昇温することによりチタニアを析出させ、ガラスフレーク上に被膜を設ける方法であ

る。ただし、この方法に限定するものではなく、ガラスフレック上に薄く被膜を設けることができる方法であれば、どのような方法でもよい。

【0019】ガラスフレック上の被膜の厚さを制御することにより、干渉による任意の色調を発現させることができる。この被膜の厚さは、20～250nmが好ましく、20nm未満では光輝感が発現し難く、一方250nmより厚ければ原料が多く必要となるためコスト的に好ましくない。

【0020】この被膜にチタニアを用いる場合は、被膜成形後にガラスフレックを800～1,200℃で加熱処理することが多い。これは、チタニアにはアナタース型、ブルーカイト型およびルチル型の3つの結晶系があり、アナタース型をルチル型に転移させるために行われるものである。上述のように溶液からの析出によりチタニア被膜を設ける場合は、まずアナタース型が析出する。アナタース型はルチル型に比べ化学的に不安定型であるため、ガラスフレックに耐久性および耐候性が要求される場合は、アナタース型よりルチル型が指向される。さらに、ルチル型のチタニア被膜は、アナタース型よりも緻密な膜を形成することから、より高い光輝感すなわち鮮やかな色感を発現する。よって、ガラスフレックの被膜としては、ルチル型のチタニアからなるものが好ましく、また指向されている。

【0021】上記結晶系転移のための加熱処理温度が800℃以下の場合は、チタニアの結晶系はアナタース型のままであるが、一方800℃より高くするとルチル型に転移することが知られている。しかし、800℃以上に加熱した場合、ガラスフレックは変形することがある。この変形を防止するため、本発明者は、800℃以下の加熱処理でもルチル型に転移する方法を、鋭意研究の末見出した。それは、上記の溶液からチタニアを析出させる際に、ガラスフレックに貴金属を微量触媒として付着させておく方法である。ここで貴金属とは、金、銀および白金族(Ru, Rh, Pd, Os, Ir, Pt)を指す。貴金属をガラスフレックに付着させる方法は、とくに限定されるものではなく、たとえば塩化白金酸の溶液中にガラスフレックを投入してしばらく放置する方法が挙げられる。この方法において、600℃以下の加熱処理でルチル型への結晶系転移が起ることを確認した。

【0022】ガラスフレック上の被膜の屈折率によって、ある色調を発現させる被膜の厚さは若干異なるが、一般的には被膜の厚さと発色(反射光)の関係は以下の「表3」のとおりである。

【0023】

【表3】

発色	被膜厚さ (nm)
シルバー	40～60
黄	60～80
赤	80～100
青	100～140
緑	120～160

【0024】上記金属酸化物の被膜を備えた特定の形状のガラスフレックすなわち真珠光沢顔料を配合することにより、くすみがなく澄んだ発色を示し、肌上でざらつき感がなく、さらに肌上でののびおよびフィット感に優れる化粧料が得られる。

【0025】この化粧料における真珠光沢顔料の配合率は、1～100重量%が好ましい。配合率が1重量%未満の場合は、真珠光沢顔料の光輝感が十分に発揮されない。一方、100重量%であっても、肌上では人脂などが存在するため、これらと結合し化粧料として機能する。

【0026】この化粧料には、フェーシャル化粧料、メーキャップ化粧料、ヘア化粧料など幅広い範囲の化粧料が含まれる。これらの中でも、とくにファンデーション、粉白粉、アイシャドー、ブラッシャー、化粧下地、ネイルエナメル、アイライナー、マスカラ、口紅、ファンシーパウダーなどのメーキャップ化粧料において、この真珠光沢顔料は好適に使用される。

【0027】この真珠光沢顔料は、化粧料の目的に応じて、適宜疎水化処理が施されてもよい。疎水化処理の方法としては、第一にメチルヒドロジェンポリシロキサン、高粘度シリコンオイルおよびシリコン樹脂などのシリコン化合物による処理方法、第二にアニオン活性剤、カチオン活性剤などの界面活性剤による処理方法、第三にナイロン、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレン、テフロン、ポリアミノ酸などの高分子化合物による処理方法、第四にパーフルオロ基含有化合物、レシチン、コラーゲン、金属石鹸、親油性ワックス、多価アルコール部分エステルまたは完全エステルなどによる処理方法、第五にこれらを複合した処理方法が挙げられる。ただし、一般に粉末の疎水化処理に適用できる方法であれば、上記の方法に限定されるのではない。

【0028】この化粧料には、通常化粧料に用いられる他の材料を必要に応じて適宜配合することができる。たとえば、タルク、カオリン、セリサイト、白雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、バーミキュライト、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、珪ソウ土、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウム、硫酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、シリカ、ヒドロキシシアバ

タイト、ゼオライト、窒化ホウ素、セラミックスパウダーなどの無機粉末、ナイロンパウダー、ポリエチレンパウダー、ポリスチレンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、ポリ四弗化エチレンパウダー、ジスチレンベンゼンポリマーパウダー、エポキシパウダー、アクリルパウダー、微結晶性セルロースなどの有機粉末、酸化チタン、酸化亜鉛などの無機白色顔料、酸化鉄（ベンガラ）、チタン酸鉄などの無機赤色系顔料、 $\gamma$ -酸化鉄などの無機褐色系顔料、黄酸化鉄、黄土などの無機黄色系顔料、黒酸化鉄、カーボンブラックなどの無機黒色系顔料、マンゴバイオレット、コバルトバイオレットなどの無機紫色系顔料、酸化クロム、水酸化クロム、チタン酸コバルトなどの無機緑色系顔料、群青、紺青などの無機青色系顔料、酸化チタン被膜雲母、酸化チタン被膜オキシ塩化ビスマス、オキシ塩化ビスマス、酸化チタン被膜タルク、魚鱗箔、着色酸化チタン被膜雲母などのパール顔料、アルミニウムパウダー、銅パウダーなどの金属粉末顔料、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色228号、赤色405号、橙色203号、橙色204号、黄色205号、黄色401号および青色404号などの有機顔料、赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色227号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、橙色205号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、緑色3号および青色1号のジルコニウム、バリウムまたはアルミニウムレーキなどの有機顔料、クロロフィル、 $\beta$ -カロチンなどの天然色素、スクワラン、流動パラフィン、ワセリン、マイクロクリスタリンワックス、オケゾライト、セレシン、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、イソステアリン酸、セチルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、2-エチルヘキサン酸セチル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、ミリスチン酸2-オクチルドデシル、ジ-2-エチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール、トリ-2-エチルヘキサン酸グリセロール、オレイン酸-2-オクチルドデシル、ミリスチン酸イソプロピル、トリイソステアリン酸グリセロール、トリヤシ油脂肪酸グリセロール、オリーブ油、アボガド油、ミツロウ、ミリスチン酸ミリスチル、ミンク油、ラノリンなどの各種炭化水素、シリコーン油、高級脂肪酸、油脂類のエステル類、高級アルコール、ロウなどの油性成分、アセトン、トルエン、酢酸ブチル、酢酸エステルなどの有機溶剤、アルキド樹脂、尿素樹脂などの樹脂、カンファ、クエン酸アセチルトリブチルなどの可塑剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、防腐剤、界面活性剤、保湿剤、香料、水、アルコール、増粘剤などが挙げられる。

【0029】この化粧料の形態は、とくに限定されるものではなく、粉末状、ケーキ状、ペンシル状、スティック状、軟膏状、液状、乳液状、クリーム状などである。

【0030】なお、この発明は次のような実施形態として具現化することも可能である、ガラスフレークに白金などの貴金属を付着させ、そこにアナタース型のチタニアを付着させ、600℃以下に加熱することにより、ルチル型チタニアからなる被膜を備えたガラスフレークを製造する方法。

#### 【0031】

【実施例】以下に実施例および比較例を挙げてこの発明をより詳細に説明するが、この発明の要旨を越えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。まず、ガラスフレークに金属酸化物を被膜した真珠光沢顔料について説明する。

#### 【0032】（実施例1）～（実施例4）

Cガラス（ $\text{SiO}_2$ ：65重量％、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ ：4重量％、 $\text{CaO}$ ：14重量％、 $\text{MgO}$ ：3重量％、 $\text{B}_2\text{O}_3$ ：5重量％、 $\text{Na}_2\text{O}$ ：8重量％、 $\text{K}_2\text{O}$ ：1重量％）を1、200℃で熔融し、円筒形にブローし延伸薄膜化して冷却固化することにより所定の厚さにし、それを粉砕分級して、所定の厚さ、粒度およびアスペクト比を有するガラスフレークを製造した。このガラスフレークを硫酸チタニル溶液中に懸濁させ、この懸濁液を加熱し1時間沸騰させることにより、ガラスフレーク表面に種々の厚さのチタニアを被膜させ、汙過水洗後乾燥させ、その後600℃で30分間熱処理して、チタニア被膜を備えたガラスフレークを得た。チタニア被膜の結晶系をX線回折で調べたところ、いずれもアナタース型であった。

【0033】ここで、チタニア被膜の厚さによりガラスフレークの発色が異なり、またガラスフレークの厚さおよび粒度により比表面積が異なるため、各実施例で目的とするチタニア被膜を得るための条件は一義的には決定できない。そのため、チタニア被膜の形成段階でガラスフレークを懸濁液中から適宜サンプリングし、その色目を確認しながら硫酸チタニルの添加量を加減して、任意の色調のガラスフレークを製造した。

【0034】これら種々の厚さ、粒度およびアスペクト比を有するガラスフレークを、直径60mm×高さ10mmのシリカのセル中に詰め、それを色彩色差計（ミノルタ社製CR300）で明度（L値）を測定した。また、光沢計（日本電色工業株式会社製 VGS-1001DP）で、45°/0°の拡散反射率を測定し、輝度を評価した。これらガラスフレークの特性および輝度評価の結果を、下記「表4」に示す。

【0035】（比較例1）～（比較例3）市販のアナタース型のチタニア被膜を備えたマイカと、ガラスフレーク（RCF-140 日本板硝子社製）に上記実施例の方法でアナタース型のチタニア被膜を成形したものについて、上記と同様の方法で、明度（L値）および45°/0°の拡散反射率を測定し、その輝度を評価した。その結果を、下記「表4」に併せて示す。なお、比較例3のガラスフレークには、貴金属は付着していない。

【0036】実施例1～4のガラスフレークは、いずれも輝度(L値および拡散反射率)が比較例1および2のマイカに比べ高く、非常に澄んだ明るく高い光輝感を示

すことが判る。

【0037】

【表4】

型の 被膜を備えた	および の輝度と光沢性						
実施例	1	2	3	4	比較例1	2	3
母材							
平均厚さ( $\mu\text{m}$ )	2.3	2.3	2.3	1.3	0.4	0.6	5.0
平均粒径( $\mu\text{m}$ )	450	80	40	25	40	80	140
アスペクト比	196	35	17	19	100	113	28
反射色				赤			
明度(L値)	93	92	91	91	88	89	90
拡散反射率	66	62	61	63	52	54	60

【0038】(実施例5)～(実施例8)

上記実施例1～4と同様にして、所定の形状のガラスフレークを製造した。このガラスフレークを塩化白金酸を添加した四塩化チタン溶液中に懸濁させ、この懸濁液を加熱し1時間煮沸して、ガラスフレーク表面に種々の厚さのチタニア被膜を設けた。このガラスフレークを湯過水洗後乾燥させ、その後600℃で30分間熱処理した。チタニア被膜の結晶系をX線回折で調べたところ、いずれもルチル型であった。これは、ガラスフレークに付着した白金が、ルチル型への転移を促進する触媒とし

て作用したためと考えられる。これら種々の厚さ、粒度およびアスペクト比を有するガラスフレークについて、上記実施例1～4と同様にして輝度を評価した。その結果を下記「表5」に示す。

【0039】(比較例4)～(比較例7)

市販のルチル型のチタニア被膜を備えるマイカについて、上記同様にして輝度を評価した。その結果を下記「表6」に示す。

【0040】

【表5】

ルチル型のチタニア被膜を備えたガラスフレークの輝度と光沢性

実施例	5	6	7	8
母材				
平均厚さ( $\mu\text{m}$ )	2.3	1.3	1.3	0.7
平均粒径( $\mu\text{m}$ )	300	80	80	25
アスペクト比	130	62	62	36
反射色			赤	青
明度(L値)	95	94	93	92
拡散反射率	70	62	74	74

【0041】

【表6】

ルチル型のチタニア被膜を備えたマイカの輝度と光沢性

比較例	4	5	6	7
母材				
平均厚さ( $\mu\text{m}$ )	0.4	0.4	0.4	0.6
平均粒径( $\mu\text{m}$ )	40	40	40	80
アスペクト比	100	100	100	133
反射色			赤	青
明度(L値)	91	90	90	89
拡散反射率	50	60	65	63

【0042】「表5」および「表6」より、実施例5～8のガラスフレークは、いずれも輝度（L値および拡散反射率）が比較例4～7のマイカに比べ高く、非常に澄んだ明るく高い光輝感を示すことが判る。

【0043】つぎに、上記チタニア被膜を備えたガラス化粧料に関する官能評価

フレークすなわち真珠光沢顔料を配合した化粧料について説明する。化粧料の評価は、下記「表7」に基づきパネラー10人による5段階の官能評価により行った。

【0044】

【表7】

評価\項目	のび	密着感	滑らかさ	光輝感	色のきれいさ
1	悪い	ない	ない	ない	汚い
2	やや悪い	ややない	ややない	あまりない	ややくすむ
3	普通	普通	普通	ややある	普通
4	ややよい	ややある	ややある	ある	きれい
5	よい	非常にある	非常にある	非常に高い	非常にきれい

【0045】官能評価の結果は、パネラー10名の5段階評価の平均値であり、その評価を分かり易くするために下記の記号で表す。

◎・・・4.5以上5.0まで

○・・・3.5以上4.5未満

●・・・2.5以上3.5未満

△・・・1.5以上2.5未満

×・・・1.0以上1.5未満

【0046】（実施例9）：パウダーファンデーション下記「表8」に示す材料からなるパウダーファンデーションを製造した。

【0047】

【表8】

(1) 酸化チタン	7
(2) タルク	20
(3) 白雲母	3
(4) 実施例2のガラスフレーク	55
(5) ナイロンパウダー	2
(6) 赤色酸化鉄	0.5
(7) 黄色酸化鉄	1
(8) 黒色酸化鉄	0.1
(9) シリコンオイル	1
(10) パルミチン酸2-エチルヘキシル	9
(11) セスキオレイン酸ソルビタン	1
(12) 防腐剤	0.3
(13) 香料	0.1 (重量%)

【0048】上記材料(1)～(8)をヘンシェルミキサーで混合し、この混合物に上記材料(9)～(13)を加熱溶解させ混合したものを添加混合し、これをパルベライザーで粉砕した。さらに、これを直径5.3mmの中皿に吐出し、160kg/cm<sup>2</sup>の圧力で押圧成形し、パウダーファンデーションを製造した。この化粧料の官能評価の結果を、下記「表9」に示す。

【0049】（比較例8）：パウダーファンデーション上記材料(4)ガラスフレークを比較例1のマイカに置換し、それ以外を実施例9と同様にしてパウダーファン

デーションを製造した。この化粧料の官能評価の結果を、下記「表9」に示す。

【0050】（比較例9）：パウダーファンデーション上記材料(4)ガラスフレークを比較例3のガラスフレークに置換し、それ以外を実施例9と同様にしてパウダーファンデーションを製造した。この化粧料の官能評価の結果を、下記「表9」に併せて示す。

【0051】

【表9】

項目	のび	密着感	滑らかさ	光輝感	色のきれいさ
----	----	-----	------	-----	--------

実施例9	○	○	○	◎	◎
比較例8	○	○	○	○	○
比較例9	●	●	△	○	◎

【0052】「表9」より、実施例9の化粧料は、比較例8と比べ光輝感および色のきれいさで、比較例9と比べのび、密着感および滑らかさで優れていることが判る。

【0053】(実施例10)：ブラッシャー下記「表10」に示す材料からなるブラッシャーを製造した。

【0054】  
【表10】

(1) タルク	12.6
(2) 絹雲母	8.1
(3) マイカ	25.4
(4) 実施例3のガラスフレーク	45.0
(5) 赤色226号	0.4
(6) スクワラン	3.0
(7) パルミチン酸2-エチルヘキシル	5.0
(8) 防腐剤	0.3
(9) 香料	0.2 (重量%)

【0055】上記材料(1)～(5)をヘンシェルミキサーで混合し、この混合物に上記材料(6)～(9)を加熱溶解させ混合したものを吹き付け混合した後、パルペライザーを用いてこれを粉碎した。さらに、これを4×6cmの中皿に吐出し、120kg/cm<sup>2</sup>で押圧成形して、ブラッシャーを製造した。この化粧料の官能評価の結果を、下記「表11」に示す。

【0056】(比較例10)：ブラッシャー  
実施例10の材料(4)ガラスフレークを比較例2のマイカに置換し、それ以外を実施例10と同様にしてブラ

ッシャーを製造した。この化粧料の官能評価の結果を、下記「表11」に示す。

【0057】(比較例11)：ブラッシャー  
実施例10の材料(4)ガラスフレークを比較例3のガラスフレークに置換し、それ以外を実施例10と同様にしてブラッシャーを製造した。この化粧料の官能評価の結果を、下記「表11」に併せて示す。

【0058】  
【表11】

項目	のび	密着感	滑らかさ	光輝感	色のきれいさ
実施例10	○	○	○	◎	◎
比較例10	○	○	○	○	○
比較例11	●	●	△	○	◎

【0059】「表11」より、実施例10の化粧料は、比較例10と比べ光輝感および色のきれいさで、比較例11と比べのび、密着感、滑らかさおよび光輝感で優れていることが判る。

【0060】(実施例11)：ネイルエナメル

下記「表12」に示す材料からなるネイルエナメルを製造した。

【0061】  
【表12】

(1) ニトロセルロース	12
(2) 変成アルキド樹脂	12
(3) クエン酸アセチルトリブチル	5
(4) 酢酸n-ブチル	36.4
(5) 酢酸エチル	6
(6) n-ブチルアルコール	2
(7) トルエン	21

(8) 酸化鉄顔料	0.5
(9) 二酸化チタン	0.1
(10) 実施例7のガラスフレーク	3
(11) マイカ	1
(12) 有機変成モンモリロナイト	1 (重量%)

【0062】上記材料(1)～(7) (ただし材料(4)は一部分)を溶解し、この溶液に材料(12)と材料(4)の残部とを混合してゲル状にしたものを添加混合し、さらに材料(8)～(11)を添加混合した。この混合物を所定の容器に充填し、ネイルエナメルを製造した。この化粧料の官能評価の結果を、下記「表13」に示す。

【0063】(比較例12): ネイルエナメル  
実施例11の材料(10) ガラスフレークを比較例6のマイカに置換し、それ以外は実施例11と同様にしてネ

イルエナメルを製造した。この化粧料の官能評価の結果を、下記「表13」に示す。

【0064】(比較例13): ネイルエナメル  
実施例11の材料(10) ガラスフレークを比較例3のガラスフレークに置換し、それ以外は実施例11と同様にしてネイルエナメルを製造した。この化粧料の官能評価の結果を、下記「表13」に示す。

【0065】

【表13】

項目	のび	密着感	滑らかさ	光輝感	色のきれいさ
実施例11	○	○	◎	◎	◎
比較例12	○	○	○	○	○
比較例13	●	●	△	○	◎

【0066】「表13」より、実施例11の化粧料は、比較例12と比べ滑らかさ、光輝感および色のきれいさで、比較例13と比べのび、密着感、滑らかさおよび光輝感で優れていることが判る。

【0067】(実施例12): 乳化ファンデーション

下記「表14」に示す材料からなる乳化ファンデーションを製造した。

【0068】

【表14】

(1) ステアリン酸	0.4
(2) イソステアリン酸	0.3
(3) 2-エチルヘキサン酸セチル	4
(4) 流動パラフィン	11
(5) ポリオキシエチレン(10) ステアリルエーテル	2
(6) タルク	8
(7) 顔料	4
(8) セチルアルコール	0.3
(9) 防腐剤	0.07
(10) 実施例6のガラスフレーク	10
(11) トリエタノールアミン	0.42
(12) プロピレングリコール	5
(13) 防腐剤	0.02
(14) イオン交換水	54.19
(15) 香料	0.3 (重量%)

【0069】上記材料(1)～(9)を85℃で溶解させ混合し、これに上記材料(10)を添加し均一に分散させた。また、これに上記材料(11)～(14)を85℃で溶解させ混合した混合物を徐々に添加し乳化させた。乳化時の温度を10分間保持して攪拌した後、攪拌

しながら45℃まで冷却した。これに材料(15)を加え35℃まで攪拌冷却を続け、その後これを容器に充填して乳化ファンデーションを得た。この化粧料の官能評価の結果を、下記「表15」に示す。

【0070】(比較例14): 乳化ファンデーション

実施例12の材料(10)ガラスフレークを比較例5のマイカに置換し、それ以外を実施例12と同様にして乳化ファンデーションを製造した。この化粧料の官能評価の結果を、下記「表15」に示す。

【0071】(比較例15):乳化ファンデーション  
実施例12の材料(10)ガラスフレークを比較例3の

ガラスフレークに置換し、それ以外を実施例12と同様にして乳化ファンデーションを製造した。この化粧料の官能評価の結果を、下記「表15」に併せて示す。

【0072】

【表15】

項目	のび	密着感	滑らかさ	光輝感	色のきれいさ
実施例12	○	○	◎	◎	◎
比較例14	○	○	○	○	△
比較例15	●	●	△	○	◎

【0073】「表15」より、実施例12の化粧料は、比較例14と比べ滑らかさ、光輝感および色のきれいさで、比較例15と比べのび、密着感、滑らかさおよび光輝感で優れていることが判る。

【0074】(実施例13):口紅  
下記「表16」に示す材料からなる口紅を製造した。

【0075】

【表16】

(1)炭化水素ワックス	20
(2)キャンドリラワックス	3
(3)グリセリルイソステアレート	40
(4)流動パラフィン	26.8
(5)二酸化チタン	4
(6)実施例7のガラスフレーク	4
(7)有機顔料	2
(8)香料	0.2 (重量%)

【0076】上記材料(1)~(4)を85℃で加熱溶解させ、これに(5)~(7)を加え攪拌混合した後、さらに(8)を混合攪拌し、その後所定の容器に充填して口紅を得た。この化粧料の官能評価の結果を、下記「表17」に示す。

【0077】(比較例16):口紅  
実施例13の材料(6)ガラスフレークを比較例6のマイカに置換し、それ以外を実施例13と同様にして口紅を製造した。この化粧料の官能評価の結果を、下記「表

17」に示す。

【0078】(比較例17):口紅  
実施例13の材料(6)ガラスフレークを比較例3のガラスフレークに置換し、それ以外を実施例13と同様にして口紅を製造した。この化粧料の官能評価の結果を、下記「表17」に併せて示す。

【0079】

【表17】

項目	のび	密着感	滑らかさ	光輝感	色のきれいさ
実施例13	○	○	◎	◎	◎
比較例16	○	○	○	○	○
比較例17	●	●	△	○	◎

【0080】「表17」より、実施例13の化粧料は、比較例16と比べ滑らかさ、光輝感および色のきれいさ、比較例17と比べのび、密着感、滑らかさおよび光輝感で優れていることが判る。

【0081】(実施例14):アイシャドー

下記「表18」に示す材料からなるアイシャドーを製造した。

【0082】

【表18】

(2) 白雲母	20
(3) 実施例8のガラスフレーク	40
(4) 顔料	12
(5) スクワラン	4
(6) セチル2-エチルヘキサノエート	1.9
(7) ソルビタンセスキオレート	0.8
(8) 防腐剤	0.1
(9) 香料	0.2 (重量%)

【0083】上記材料(1)～(4)をヘンシェルミキサーで混合し、これに(5)～(9)を加熱混合したものを吹き付け混合した後粉砕した。これを所定の中皿に吐出して、アイシャドーを得た。この化粧料の官能評価の結果を、下記「表19」に示す。

【0084】(比較例18):アイシャドー  
実施例14の材料(3)ガラスフレークを比較例7のマイカに置換し、それ以外を実施例14と同様にしてアイシャドーを製造した。この化粧料の官能評価の結果を、

下記「表19」に示す。

【0085】(比較例19):アイシャドー  
実施例14の材料(3)ガラスフレークを比較例3のガラスフレークに置換し、それ以外を実施例14と同様にしてアイシャドーを製造した。この化粧料の官能評価の結果を、下記「表19」に示す。

【0086】

【表19】

項目	のび	密着感	滑らかさ	光輝感	色のきれいさ
実施例14	◎	◎	◎	◎	◎
比較例18	○	○	○	○	△
比較例19	●	●	△	○	◎

【0087】「表19」より、実施例14の化粧料は、比較例18と比べのび、密着感、滑らかさ、光輝感および色のきれいさで、比較例19と比べのび、密着感、滑らかさおよび光輝感で優れていることが判る。

【0088】

【発明の効果】この発明は、以上のように構成されているため、次のような効果を奏する。請求項1に記載の発明の真珠光沢顔料によれば、平均厚さ0.1～2.5μm、平均粒径1～300μmおよびアスペクト比10～500であり、母材がシリカを45～75重量%含有する表面が平滑なガラスフレークであって、さらに母材表面が酸化チタンなどの金属酸化物で被膜された真珠光沢顔料であるので、化粧料材料としてくすみがなく、非常に

良好な光輝感を発現し、肌上でのざらつき感がなく、のび、フィット感に優れる安価な真珠光沢顔料を提供することができる。

【0089】請求項2に記載の発明の真珠光沢顔料によれば、請求項1の発明の効果に加えて、母材の表面に貴金属およびチタニアが付着するので、600℃以下の加熱で緻密で安定型のルチル型チタニアの膜が形成される。

【0090】請求項3に記載の発明の化粧料によれば、この真珠光沢顔料を化粧料材料として用いるので、肌上でののびがよくかつフィット感に優れ、ざらつき感を生じさせることのない、光輝感に優れる発色のきれいな化粧料を提供することができる。

フロントページの続き

(51)Int. Cl. 7

識別記号

F I

(参考)

A 6 1 K 7/027

A 6 1 K 7/027

7/031

7/031

7/032

7/032

7/043

7/043

C 0 9 C 3/06

C 0 9 C 3/06

(12) 冊2001-11340 (P2001-11340A)

Fターム(参考) 4C083 AA122 AB171 AB172 AB232  
AB242 AB372 AB432 AB442  
AC012 AC022 AC032 AC072  
AC102 AC122 AC182 AC242  
AC262 AC342 AC352 AC372  
AC442 AC542 AC862 AD072  
AD092 AD152 AD262 BB25  
BB26 CC01 CC12 CC13 CC14  
CC28 DD17 DD31 EE06 EE07  
FF01 FF05  
4J037 AA18 AA30 CA09 DD09 DD10  
EE03 EE25 EE44 FF03 FF09